

DERWENT- 1981-03784D

ACC-NO:

DERWENT- 198104

WEEK:

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Optical waveguide fibre with low attenuation - where
desired profile of refractive index is obtd. by diffusing
gas, esp. argon, into vitreous silica fibre

INVENTOR: SCHNEIDER, H

PATENT-ASSIGNEE: SIEMENS AG[SIEI]

PRIORITY-DATA: 1978DE-2843333 (October 4, 1978)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 2843333 A	January 15, 1981	N/A	000	N/A
DE 2843333 C	September 22, 1983	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): G02B005/14

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 2843333A

BASIC-ABSTRACT:

The fibre has a refractive index(RI) which decreases continuously in the radial direction. The fibre is made from a homogeneous fibre into which a polarisable gas(I) is diffused via high temps. and pressures, the gas being soluble in the fibre and providing the required RI profile.

The fibre is pref. vitreous silica, whereas gas(I) is pref. a noble gas; oxygen; N₂;H₂;HCl; halogen; water; ammonia, or a corresp. deuterium cpd.; CO; or NO. The gas can be diffused into the fibre before, during, or after drawing, and the concn. of the gas near the periphery of the fibre can be reduced by allowing some gas to diffuse out of the fibre, esp. in an atmos. of krypton.

An accurate RI profile can be simply obtd. without the danger of impurities contaminating the fibre.

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 2843333C

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

The fibre has a refractive index(RI) which decreases continuously in the radial direction. The fibre is made from a homogeneous fibre into which a polarisable gas(I) is diffused via high temps. and pressures, the gas being soluble in the fibre and providing the required RI profile.

The fibre is pref. vitreous silica, whereas gas(I) is pref. a noble gas; oxygen; N₂;H₂;HCl; halogen; water; ammonia, or a corresp. deuterium cpd.; CO; or NO. The gas can be diffused into the fibre before, during, or after drawing, and the concn. of the gas near the periphery of the fibre can be reduced by allowing some gas to diffuse out of the fibre, esp. in an atmos. of krypton.

An accurate RI profile can be simply obtd. without the danger of impurities contaminating the fibre.

DERWENT-CLASS: F01 L01 P81 V07

CPI-CODES: F01-C; F01-D09; F01-E01; F04-G; L01-F03; L01-L05;

EPI-CODES: V07-A03; V07-F01A1;

51

Int. Cl. 3:

G 02 B 5/14

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 28 43 333 A 1

11

Offenlegungsschrift 28 43 333

21

Aktenzeichen:

P 28 43 333.2-51

22

Anmeldetag:

4. 10. 78

43

Offenlegungstag:

15. 1. 81

40

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung:

Lichtwellenleiter

71

Anmelder:

Siemens AG, 1000 Berlin und 8000 München

72

Erfinder:

Schneider, Hartmut, Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., 8000 München

Prüfungsantrag gem. § 28b PatG ist gestellt

DE 28 43 333 A 1

Patentansprüche

1. Lichtwellenleiter aus einer extinktionsarmen Faser mit in radialer Richtung kontinuierlich ab-
5 nehmender Brechzahl, d a d u r c h g e k e n n -
z e i c h n e t , daß in einem homogenen Fasermaterial ein polarisierbares, im Fasermaterial lösliches, bei hohen Temperaturen und Drucken diffusionsfähiges Gas mit einem dem angestrebten
10 Brechzahlprofil entsprechenden Konzentrationsverlauf gelöst ist.
2. Lichtwellenleiter nach Anspruch 1, d a d u r c h
g e k e n n z e i c h n e t , daß das Fasermaterial
15 Quarzglas ist.
3. Lichtwellenleiter nach Anspruch 1 oder 2, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Gas ein Edelgas, Stickstoff oder Sauerstoff ist.
20
4. Lichtwellenleiter nach Anspruch 1 oder 2, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Gas Wasserstoff, Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff, ein Halogen, Wasser, Ammoniak oder eine entsprechende
25 deuterierte Verbindung ist.
5. Lichtwellenleiter nach Anspruch 1 oder 2, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Gas Kohlenmonoxid oder Stickstoffmonoxid ist.
30
6. Verfahren zur Herstellung eines Lichtwellenleiters nach einem der Ansprüche 1 bis 5, d a d u r c h
g e k e n n z e i c h n e t , daß aus einem extinktionsarmen Fasermaterial eine Faser gezogen
35 wird, daß das Fasermaterial vor, während oder nach

. 030063/0003

- 2 - VPA 78 P 7 1 6 6 BRD

dem Ziehen mit dem Gas angereichert wird, und daß
die Gaskonzentration in den Randbereichen der ge-
zogenen Faser durch Ausdiffundieren des Gases
bei hohen Temperaturen und hohen Drucken gesenkt
5 wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, d a d u r c h g e -
k e n n z e i c h n e t , daß zur Anreicherung
des Fasermaterials das Gas aus einer Hochdruck-
10 atmosphäre bei Temperaturen knapp unterhalb der Er-
weichungstemperatur des Fasermaterials eindiffundiert
wird.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, d a d u r c h
15 g e k e n n z e i c h n e t , daß das Ausdiffundieren
in einer Schutzgasatmosphäre aus einem schlechter
diffundierenden Gas durchgeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 7 und Anspruch 8, d a -
20 d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß als
eindiffundierendes Gas Argon und als Schutzgas Krypton
verwendet wird.

10. Verfahren zum Herstellen eines Lichtwellenleiters
25 nach einem der Ansprüche 1 bis 5, d a d u r c h
g e k e n n z e i c h n e t , daß ein Quarzglas-
rohr innen mit dem Gas gefüllt und das gefüllte Rohr
zu einer Faser ausgezogen wird.

030063/0003

SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT
Berlin und München

Unser Zeichen
VPA 78 P 7 166 BRD

5 Lichtwellenleiter

Die Erfindung betrifft einen Lichtwellenleiter aus einer extinktionsarmen Faser mit in radialer Richtung kontinuierlich abnehmender Brechzahl (Gradientenfaser).

Ein bekanntes Verfahren zum Herstellen von Gradientenfasern ist das Doppeltiegel-Verfahren, bei dem aus einem mit einem hochtransparenten Material z.B. Bleisilikatglas gefüllten ersten Tiegel mittels einer ersten Düse ein Faserkern ausgezogen wird. In einem zweiten Tiegel befindet sich eine andere Materialschmelze (z.B. Glas niedrigerer Brechzahl), um die Faser bereits während des Ausziehens mittels einer konzentrischen Ringdüse mit einem Mantel zu umgeben. Durch Interdiffusion des Kernglases und des Mantelglases ergibt sich ein kontinuierlicher Übergang der Materialzusammensetzung und der Brechzahl. Das

Kbl 2 Hag / 29.9.1978

030063/0003

Verfahren kann zur Produktion großer Fasermengen verwendet werden, jedoch finden sich häufig Verunreinigungen, die von den Tiegeln in die Faser eingeschleppt werden und zu Lichtverlusten führen.

- 5 Das Verfahren ist auf die Herstellung von Multi-komponenten-Glasfasern mit rasch diffundierenden Glasbestandteilen beschränkt.

- Häufig wird auch das CVD (Chemical Vapour Deposition)-
- 10 Verfahren angewendet, bei dem ein Quarzglasrohr auf der Innenseite mit synthetischen, durch Gasphasenreaktion gewonnenen Glas beschichtet wird und das mehrfach beschichtete Rohr zu einer Faser ausgezogen wird. Als reaktionsfähiges Glas wird häufig eine
- 15 Mischung von SiCl_4 , GeCl_4 und O_2 verwendet, die zu SiO_2 - GeO_2 -Glas reagiert. Die GeO_2 -Zugabe bewirkt eine Brechzahlerhöhung des abgeschiedenen Glases gegenüber dem Quarzglasrohr, wodurch die Lichtwellenleitung in der Faser gewährleistet wird. Man erhält
- 20 also eine Faser mit radialer Schichtung. Diese Fasern besitzen zwar im allgemeinen gute Übertragungseigenschaften für Lichtsignale, jedoch ist es nachteilig, daß das Verfahren intermittierend betrieben wird und daher sowohl zu periodischen als auch zu
- 25 unregelmäßigen Brechzahlprofilschwankungen führen kann.

- Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen neuen Typ von Gradientenfasern zur Verfügung zu
- 30 stellen, der einfach herzustellen ist und bei dem die Gefahr von Verunreinigungen und von Brechzahlprofilschwankungen verringert ist.

- Diese Aufgabe wird gelöst durch einen Lichtwellen-
- 35 leiter, bei dem in einem homogenen Fasermaterial ein

030063/0003

polarisierbares, im Fasermaterial lösliches, bei hohen Drucken diffusionsfähiges Gas mit einem dem angestrebten Brechzahlprofil entsprechenden Konzentrationsverlauf gelöst ist.

5

Als ein bevorzugtes Fasermaterial sei Quarzglas betrachtet. Im Glasnetzwerk sind freie Gitterplätze enthalten, in die Gasmoleküle eingebaut werden können. Entsprechend der Lorenz-Lorentz'schen Gleichung

10

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi}{3} (\alpha_1 N_1 - \alpha_2 N_2)$$

kann die Brechzahl n berechnet werden, wenn in das SiO_2 -Gitter (N_1 und α_1 seien die Teilchendichte und die Polarisierbarkeit von SiO_2) polarisierbare Moleküle (Teilchendichte N_2 , Polarisierbarkeit α_2) eingebaut werden. So ergibt sich z.B. für Quarzglas ($\alpha_1 = 2,952 \text{ \AA}^3$) und Argon ($\alpha_2 = 1,443 \text{ \AA}^3$) bei einer Konzentration von 2 Mol.-% Argon eine Brechzahl $n = 1,4633$ gegenüber der Brechzahl des Quarzglases von 1,4585. Die numerische Apertur einer entsprechenden, ummantelten Faser beträgt dann 0,12. Bei 1 Mol.-% Argon beträgt die numerische Apertur 0,08.

Die Löslichkeit vieler ein- und zweiatomiger Gase, z.B. Edelgase, H_2 , O_2 oder N_2 , in Glas wächst bis zu hohen Drucken linear mit dem Gasdruck und führt bei Drucken über etwa 1 kb zu einer Sättigung. Der Löslichkeitskoeffizient C_1/C_g (das Verhältnis der gelösten Gaskonzentration C_1 zur Konzentration C_g in der Gasatmosphäre) wurde experimentell zu 0,024 (Helium) bzw. 0,019 (Neon) bzw. 0,03 (Wasserstoff) bzw. 0,01 (Argon oder Sauerstoff) bestimmt.

030063/0003

- 4 - VPA 78 P 7166 BRD

Die Gesamtzahl der im Quarzglas verfügbaren Zwischengitterplätze kann bei diesen Gasen zu 1 bis $3 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ angegeben werden. Dies entspricht einer Löcherkonzentration von 4 bis 12 Mol.-%, d.h. pro SiO_2 -Formeleinheit stehen 1/15 bis 1/7 freie Gitterplätze zur Verfügung. Experimentell konnte bei 850 Atmosphären eine Wasserstoff-Molekülkonzentration von $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ (entsprechend 2,6 Mol.-%) und eine Neon-Atomkonzentration von $3,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ (entsprechend 1,6 Mol.-%) im Quarzglas gefunden werden. Für Argon wurde in Quarzglas bei 2 kb und 650°C etwa 1 Mol.-% und in einem Glas der Zusammensetzung $\text{K}_2\text{O} \cdot 4\text{SiO}_2$ bei 10 kb und 800°C etwa 7 Mol.-% Löslichkeit gefunden.

Daraus ergibt sich die Möglichkeit, im Faserkern durch Lösen erheblicher Gasmengen die Brechzahl gegenüber einem Fasermantel, in dem keine Gase gelöst sind, zu erhöhen. Hierfür kommen nicht nur die bereits erwähnten Gase infrage, die physikalisch gelöst werden, vielmehr können auch Gase wie Wasserstoff, Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff, Halogene, Wasser und Ammoniak einschließlich der korrespondierenden deuterierten Verbindungen verwendet werden, deren Löslichkeit teilweise auf reversiblen chemischen Vorgängen beruht. Auch Kohlenmonoxid und Stickstoffmonoxid bei hohen Temperaturen sind geeignet.

Der Lichtwellenleiter gemäß der Erfindung kann hergestellt werden, indem aus einem mit den genannten Gasen gesättigten Fasermaterial eine Faser gezogen wird und anschließend in den Randbereichen der gezogenen Faser die Gaskonzentration gesenkt wird. Man kann aber auch den gesättigten Faserkern herstellen, indem das Fasermaterial während oder nach dem Ziehen mit

030063/0003

- 8 - VPA 78 P 7166 BRD

Gas gesättigt wird. Zum Einstellen des Konzentrations-
profils kann man sich dabei vorteilhaft der Diffusions-
vorgänge bedienen, die stark druck- und temperatur-
abhängig sind. So beträgt der Diffusionskoeffizient
5 von Neon in Quarzglas bei 1000°C den relativ hohen
Wert von $2,5 \times 10^{-6} \text{ cm}^2$ (Argon: $1,4 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ sec}^{-1}$)
und bei 25°C nur noch $5 \times 10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ sec}^{-1}$ (Argon:
 $5 \times 10^{-25} \text{ cm}^2 \text{ sec}^{-1}$). Für 1 μm Diffusionsstrecke
sind demnach für Argon bei 1000°C etwa 1 sec er-
10 forderlich, bei 25°C jedoch etwa 10^8 Jahre. Aus
einer mit dem Gas gesättigten Faser kann demnach
bei hohen Temperaturen durch Ausdiffundieren aus den
Randbereichen der Faser die Gaskonzentration im
Fasermantel während der Herstellung erniedrigt wer-
15 den, das dadurch erreichte Konzentrationsprofil bleibt
aber nach Abkühlung der Faser auf Normaltemperaturen
über lange Zeiten hinweg bestehen. Da durch die ge-
lösten Gase der Binnendruck im Fasermaterial er-
heblich ansteigt, ist es vorteilhaft, während des
20 Ausdiffundierens und Abkühlens einen hohen Außen-
druck aufrechtzuerhalten, um eine Bläschenbildung
zu vermeiden.

Auch das Einbringen der Gase in das Fasermaterial kann
25 vorteilhaft durch Diffusion erfolgen, wobei das Faser-
material in einer Hochdruckatmosphäre des Gases
bei Temperaturen knapp unterhalb der Erweichungstempe-
ratur des Fasermaterials mit dem Gas angereichert
wird. Die Anreicherung kann entsprechend den ver-
30 wendeten Drucken und Diffusionsdauern bis nahe an
die Sättigung getrieben werden. Besonders vorteilhaft
ist es dabei, wenn beim Ausdiffundieren die während
der Anreicherung verwendete Hochdruckatmosphäre des
diffusionsfähigen Gases durch eine Schutzgasatmosphäre
35 aus einem schlechter diffundierenden Gas ausgetauscht
wird.

030063/0003

Man kann einen Lichtwellenleiter nach der Erfindung aber auch auf andere Weise herstellen. So kann vorteilhaft ein Glasrohr innen mit dem polarisierbaren, löslichen Gas gefüllt werden und das gefüllte Rohr
5 anschließend zu einer Faser ausgezogen werden. Während des Ausziehens diffundiert das Gas der Rohrfüllung an der Rohrrinnenseite in das Fasermaterial, ohne daß eine gleichmäßige Gaskonzentration bis an die Rohraußenwand entstehen würde. Die aus dem Rohr ausgezogene Faser enthält dann nur im Kern eine hohe
10 Gaskonzentration, während der Mantel praktisch gasfrei ist.

Auf diese Weise können Lichtwellenleiter üblicher
15 Dicke, z.B. 50 bis 500 μ Durchmesser, hergestellt werden, die hinsichtlich ihres Brechzahlprofils und der numerischen Apertur mit Lichtwellenleitern, die auf herkömmliche Weise erzeugt werden, vergleichbar sind. Da diese Fasern aus einem homogenen hochtransparenten (extinktionsarmen) Material hergestellt
20 sind und die Brechzahländerung lediglich durch die Konzentrationsänderung des gelösten Gases hervorgerufen wird, besteht bei diesen Fasern nur eine geringe Gefahr von Verunreinigungen und Brechzahl-
25 schwankungen, wie sie z.B. beim Doppeltiegel-Verfahren auftreten. Das Herstellungsverfahren erfordert ferner nur einen geringen Aufwand und kann z.B. beim Ausziehen eines Rohres kontinuierlich mit hohen Arbeitsgeschwindigkeiten erfolgen.

30 Anhand zweier Ausführungsbeispiele wird das Wesen der Erfindung näher erläutert.

Eine auf herkömmliche Weise hergestellte Quarzglas-
35 faser mit etwa 100 μ Durchmesser wird in einem

030063/0003

- 7 - VPA 78 P 7 1 6 6 BRD

Autoklaven einer Argonatmosphäre von etwa 1000 bar bei 900°C über eine Stunde ausgesetzt. Dabei können Argonkonzentrationen von etwa 1 Mol.-% erreicht werden. Durch Erhöhung des Druckes (2 bis 3 kb) und längere Diffusionsdauern sind auch höhere Argonkonzentrationen (z.B. 2 Mol.-%) erreichbar. Anschließend wird im Autoklaven die Argonatmosphäre durch eine Krypton-Atmosphäre gleichen Druckes und gleicher Temperatur ersetzt. Nach 20 Minuten wird der Autoklav abgekühlt und die fertige Faser entnommen.

Die Diffusion von Krypton verläuft wesentlich langsamer als bei Argon. Daher ist in der Krypton-Atmosphäre das Argon aus den Randbereichen der Faser ausdiffundiert, während nur geringe Kryptonmengen eindiffundiert sind, so daß das gewünschte Konzentrationsprofil und somit das erforderliche Brechzahlprofil hergestellt ist. Die geringe Eindiffusion von Krypton bewirkt dabei zusätzlich eine erwünschte Erhöhung der Zugfestigkeit der Faser.

In einem anderen bevorzugten Ausführungsbeispiel wird ein Quarzrohr mit 8 mm Innendurchmesser und 10 mm Außendurchmesser bei einem Druck von einigen kb und Temperaturen zwischen 800 und 900° mit Argon gefüllt. Anschließend wird das Rohr auf bekannte Weise zur Faser ausgezogen. Während des Ziehens diffundiert das Argon in die Innenbereiche des Rohres und es entsteht in der gezogenen Faser ein mit Argon angereicherter Kern, während die äußeren Bereiche praktisch gasfrei sind.

10 Patentansprüche

030063/0003

ZusammenfassungLichtwellenleiter

- 5 Die Erfindung betrifft einen Lichtwellenleiter mit kontinuierlich nach außen abnehmender Brechzahl (Gradientenfaser). Erfindungsgemäß ist in einem homogenen Fasermaterial ein polarisierbares Gas mit einem dem angestrebten Brechzahlprofil entsprechenden Konzentrationsverlauf gelöst. Zur Herstellung
- 10 wird eine Faser mit dem Gas angereichert (z.B. durch Diffusion bei hoher Temperatur und hohem Druck) und im Mantel das Gas anschließend durch Ausdiffundieren entfernt. Es kann auch ein Rohr mit dem Gas innen
- 15 gefüllt und anschließend zur Faser ausgezogen werden.

030063/0003